

УТВЕРЖДАЮ

Руководитель ГЦИ СИ ФГУП
«ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Н.И. Ханов

«03» апреля 2015 г.



АНАЛИЗАТОРЫ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИЕ ТМА4000

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ

МП 2416-0030-2015

н.р. 61826-15

Руководитель отдела эталонов и
научных исследований в области термодинамики
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

 А.И. Походун

Санкт-Петербург
2015 г.

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает методику первичной и периодической поверки (далее МП) анализаторов термомеханических ТМА4000 (далее анализаторы), изготовленных фирмой «PerkinElmer, Inc.», США.

1.2. Поверка проводится с целью определения пригодности анализаторов к дальнейшей эксплуатации, при наличии Паспорта анализатора, МП и свидетельства о последней поверке.

1.3. Первичная поверка анализаторов производится при вводе в эксплуатацию и после ремонта.

1.4. Периодическая поверка анализаторов проводится не реже одного раза в год.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей МП использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.3.019-80 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности.

ПБП-115-88 Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов под давлением»

ПБ10-115-96 «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением»,

ГОСТ 8.395-80 Государственная система обеспечения единства измерений. Нормальные условия измерений при поверке. Общие требования.

ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 Анализаторы предназначены для измерения изменений линейных размеров образцов из твердых и пастообразных материалов в условиях тепловых нагрузок в диапазоне температуры от 20 °С до 800 °С.

4 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

4.1 При проведении поверки термоанализаторов должны быть выполнены операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1- Операции поверки

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	9.1	да	да
Опробование. Идентификация программного обеспечения	9.2	да	да

Наименование и последовательность операций	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операции при:	
		первичной поверке	периодической поверке
Определение абсолютной погрешности измерений температуры	9.3.	да	да
Определение абсолютной погрешности измерений линейных приращений	9.4	да	да

4.2 При отрицательных результатах одной из операций поверка прекращается

5 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

5.1 При проведении поверки должны быть применены средства поверки, указанные в таблице 2.

Таблица 2- Средства поверки

№ пункта методики поверки	Наименование средства поверки и его основные метрологические характеристики
9.3.	Преобразователь термоэлектрический платиновый- платиновый типа ППО рабочий эталон первого разряда по ГОСТ 8.558-2009;
9.3	Вольтметр универсальный Щ31.СКО результатов измерений напряжений составляет 1 мкВ в диапазоне 0,1 В и 10 мкВ в диапазоне 10 В.
9.4	Рабочие эталоны 2-го разряда – меры температурного коэффициента линейного расширения по ГОСТ 8.018-2007. - мера ТКЛР из монокристаллического оксида алюминия диапазон рабочей температуры от минус 180 °С до 1500 °С. δ^* составляют от $3 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ до $10,5 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ (без учета знака) - мера ТКЛР из кварцевого стекла марки КВ. Диапазон рабочей температуры от минус 180 °С до 800 °С. δ^* составляют $3,0 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ (без учета знака) - мера ТКЛР из поликристаллического алюминия. Диапазон рабочей температуры от 20 °С до 400 °С. δ^* составляют $10,0 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ (без учета знака)

Все применяемые средства поверки должны быть поверены в установленном порядке.

Допускается применение других средств поверки, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ПОВЕРИТЕЛЯ

К проведению работ по поверке прибора допускаются инженерно-технические работники, изучившие РЭ анализатора и имеющие опыт практической работы по проведению измерений на аналогичных установках.

7 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.1 При подготовке и проведении работ по поверке должны соблюдаться требования ГОСТ 12.3.019, «Правил ТБ при эксплуатации электроустановок потребителей», ПБ10-115-96 «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов под давлением», ПБП-115-88 «Правила безопасности при производстве и потреблении продуктов разделения воздуха»

7.2 Все подключения к анализатору производить при обесточенных внешних цепях.

8 УСЛОВИЯ ПРОВЕДЕНИЯ ПОВЕРКИ

При проведении поверки соблюдают нормальные условия в соответствии с ГОСТ 8.395:

- температура окружающего воздуха: $(23 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха: $(60 \pm 20) \%$;
- атмосферное давление: $101,3 \pm 3 \text{ кПа}$.

9 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Внешний осмотр.

9.1.1 При внешнем осмотре должно быть установлено соответствие анализатора следующим требованиям:

- комплектность и маркировка должны соответствовать технической документации на данную модификацию прибора;
- изделия, входящие в состав термоанализатора, не должны иметь механических повреждений;

Анализатор, не удовлетворяющий указанным требованиям, к дальнейшему проведению поверки не допускается.

9.2 Опробование (Проверка функционирования анализатора)

9.2.1 При опробовании выполняют следующие операции:
проверяют работоспособность анализатора в соответствии с эксплуатационной документацией на него.

Для этого:

-убедитесь, что все составные части анализатора правильно соединены друг с другом;

- включите термостат и измерительный блок и дайте прогреться прибору 45 мин;
- включите на прогрев контроллер и компьютер за 30 мин. до начала опробования;
- запустите программу инициализации анализатора с персонального компьютера;
- выполните согласно инструкции по эксплуатации пробный опыт по определению величины линейного приращения при непрерывном нагреве до $800 \text{ }^\circ\text{C}$ любого из трех рабочих эталонов 2-го разряда – меры температурного коэффициента линейного расширения;

Если после опробования (инициализации анализатора) на экране компьютера не появляется сообщение об ошибках, то операция считается успешной.

9.2.2 Идентификация программного обеспечения

9.2.2.1 Идентификация программного обеспечения (далее ПО) осуществляется путем сравнения идентификационных данных ПО анализатора,

представленного на испытание, с идентификационным данным, приведенным в технической документации:

- Наименование ПО
- Идентификационное наименование ПО
- Номер версии (Идентификационный номер) ПО

Для определения номера версии ПО «Анализаторов термомеханических ТМА4000» выполняют следующую последовательность действий:

- 1) Из меню Start выбираем команду Run и набираем в появившемся окне "cmd" (без кавычек)
- 2) В появившемся окне командного интерпретатора вводим команду `cd "c:\Program Files\Pyris\TMA4000.exe` и нажимаем Enter для запуска ПО «Анализаторов термомеханических ТМА4000»
- 3) В главном меню выбираем вкладку «Help» и далее пункт «About».

9.3 Определение абсолютной погрешности измерений температуры.

9.3.1 Абсолютную погрешность измерений температуры определяют с помощью преобразователя термоэлектрического платиnorodий-платинового эталонного первого разряда типа ППО (далее термopара типа ППО), который размещается в рабочей камере анализатора, таким образом, что бы его чувствительный элемент находился как можно ближе к чувствительному элементу измерительной термopары анализатора. Выводы от термopары типа ППО подключить к вольтметру универсальному Щ 31.

9.3.2 Включить анализатор в режим нагрева и зафиксировать показания измерительной термopары анализатора ($T_{изм}$) и термopары типа ППО ($T_{эт}$) в контрольных точках 100 °C, 300 °C, 500 °C и 800 °C .

4.2.1 9.3.3 Рассчитать абсолютную погрешность измерений температуры δ_i в каждой точке по формуле:

$$\delta_i = T_{изм} - T_{эт} \quad (1)$$

где: $T_{изм}$ – показание измерительной термopары анализатора в контрольной точке;

$T_{эт}$ – показания эталонного СИ в контрольной точке;

χ – абсолютная погрешность измерений температуры в контрольной точке;

9.3.4 Анализатор считается выдержавшим испытание, если абсолютная погрешность измерений температуры δ_i во всех контрольных точках не превышает $\pm 1,0$ °C.

9.4 Определение абсолютной погрешности измерений линейных приращений

9.4.1 Абсолютную погрешность измерений линейных приращений определяют с помощью государственных рабочих эталонов 2-го разряда – мер температурного коэффициента линейного расширения (далее мера ТКЛР) без механических нагрузок.

9.4.2 В анализатор установить меру ТКЛР.

9.4.3 Включить режим нагрева. Скорость изменения температуры не более 0,5 °C/мин.

9.4.4 Выполнить измерения линейных приращений меры ТКЛР во всем диапазоне меры в положительной температурной области через каждые 20 °C.

9.4.5 Действия по пп. 4.5.3-4.5.4 выполняются три раза.

9.4.6 По результатам трех измерений определяют среднее значение линейных приращений меры и оценивают случайную составляющую погрешности измерений в выбранном интервале температуры.

$$S = \sqrt{\frac{\sum (\lambda_i - \bar{\lambda})^2}{n-1}}$$

где: λ_i - результат i -го единичного измерения линейного приращения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры,

$\bar{\lambda}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений линейного приращения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры,

S - среднее квадратическое отклонение результатов единичных измерений линейного приращения меры ТКЛР для выбранного интервала температуры не должно превышать $(0,3+3L)$ мкм (где L - длина образца при температуре 20°C в метрах).

9.4.7 Операции по пп. 4.5.2-4.5.6 выполнить с использованием мер ТКЛР из кварцевого стекла марки КВ, монокристаллического оксида алюминия и поликристаллического алюминия в диапазоне температуры от 0°C до 400°C .

9.4.8 Результаты испытаний считаются удовлетворительными, если:

$$\gamma_{\Delta L} = \Delta \bar{l}_{изм} - \lambda_m \cdot L_m \leq \pm 3$$

где:

λ_m - значение относительного удлинения меры для интервала температуры $(20 \pm t_i)^{\circ}\text{C}$, приведено в свидетельстве о поверке меры;

$\gamma_{\Delta L}$ - абсолютная погрешность измерений линейных приращений;

$\Delta \bar{l}_{изм}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений линейных приращений меры для интервала температуры $(20 \pm t_i)^{\circ}\text{C}$.

L_m - длина меры при 20°C .

10 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

10.1. Результаты поверки прибора вносят в протокол, форма которого приведена в приложении Б.

10.2. Положительные результаты поверки анализатора оформляют отметкой в НД или нанесением оттиска поверительного клейма на анализатор, или выдают свидетельство о поверке по ПР 50.2.006-94 Правила по метрологии «Государственная система обеспечения единства измерений. Порядок проведения поверки средств измерений»

10.3. При отрицательных результатах поверки анализатор к выпуску в обращение и применению не допускают, поверительное клеймо гасят, свидетельство о поверке аннулируют. Анализатор направляют в ремонт и выдают извещение о непригодности с указанием причин по ПР 50.2.006-94. После ремонта анализатор подлежит повторной поверке.

Разработчик методики поверки:

Руководитель отдела эталонов и научных исследований в области термодинамики
ГЦИ СИ ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



А.И. Походун

Младший научный сотрудник



Н.Ф. Пухов

